

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-155497

(43)Date of publication of application : 04.09.1984

(51)Int.Cl.

C10M 5/18

(21)Application number : 58-030009

(71)Applicant : DAIKIN IND LTD

(22)Date of filing : 23.02.1983

(72)Inventor : TOMINAGA SHIGETAKE
SHIMAZAKI SHUHEI

(54) GREASY LUBRICATING COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: A stable greasy lubricating compsn. causing no separation of lube oil from solid lubricant during prolonged storage at a high temp. or stoppage of machines, which is prepd. by mixing lube oil with modified, low-molecular weight polytetrafluoroethylene.

CONSTITUTION: In a greasy lubricating compsn. prepd. by mixing lube oil and solid lubricant, modified low-molecular weight polytetrafluoroethylene is used as the solid lubricant. Said polytetrafluoroethylene is one prepd. by copolymerizing 90W99.999mol% tetrafluoroethylene and 0.001mol% F-contg. α -olefin. The modified low-molecular weight polytetrafluoroethylene has particle size of 0.1W 50 μ m and number-average MW of 1,000W50,000, and is used by mixing usually in an amt. of 30W70wt% based on the total compsn.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59-155497

⑬ Int. Cl.³
C 10 M 5/18

識別記号

庁内整理番号
7457-4H

⑭ 公開 昭和59年(1984)9月4日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ グリース状潤滑組成物

⑯ 特 願 昭58-30009

⑰ 出 願 昭58(1983)2月23日

⑱ 発 明 者 富永茂武

茨木市中穂積2丁目8番26号

⑲ 発 明 者 島崎修平

伊丹市森本2丁目264番地の2

⑳ 出 願 人 ダイキン工業株式会社

大阪市北区梅田1丁目12番39号

新阪急ビル

明 細 書

1. 発明の名称

グリース状潤滑組成物

2. 特許請求の範囲

1. 潤滑油と固体潤滑剤とを混合することからなるグリース状潤滑組成物において、固体潤滑剤が変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンであることを特徴とするグリース状潤滑組成物。

2. 変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンがテトラフルオロエチレン90～99.999モル%と含フッ素α-オレフィン0.001～10モル%との共重合体である前記第1項記載のグリース状潤滑組成物。

3. 変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンが30～70重量%混合されている前記第1項記載のグリース状潤滑組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明はグリース状潤滑組成物に関し、更に

詳しくは潤滑油に固体潤滑剤を混合することからなるグリース状潤滑組成物に関する。

従来、潤滑油、有機溶媒または水にポリテトラフルオロエチレンを混合することからなるグリース状潤滑組成物はよく知られている。例えば、分子量20,000以上のポリテトラフルオロエチレンの有機溶媒又は水の分散物5～95重量%、トリフルオロプロピルメチルポリシロキサン4～94重量%及び防錆剤1重量%からなる「ころがり軸受用グリース」(特公昭52-37154号公報)が知られている。このころがり軸受用グリースは、高温耐久性、低温起動性および耐溶剤性は良好なものの、高温で長時間貯蔵あるいは機器類を停止した場合、液状の油または水分と固体潤滑剤が分離しグリースとして実用上使用できないことがある。一般に、フッ素樹脂を潤滑油に混合してなるグリースは、上記のごとく潤滑油と固体潤滑剤の分離(この程度を離油度という。)が起りやすく、この分離をなくすることが望まれていた。

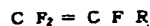
そこで本発明の目的は、高温で長時間貯蔵また

は機器類を停止した場合でも潤滑油と固体潤滑剤の分離が起らない安定なグリース状潤滑組成物を提供することにある。

すなわち、本発明の要旨は、潤滑油に変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンを混合することからなるグリース状潤滑組成物に存する。

本発明で用いられる潤滑油は、例えば、動植物油、各種合成油および鉱油である。

本発明で用いられる固体潤滑剤の変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンとはテトラフルオロエチレン90～99.999モル%と含フッ素 α -オレフィン0.001～10モル%とを共重合させたものをいい、共重合に供せられる含フッ素 α -オレフィンは、一般式：



(式中、Rは塩素または炭素数1～10のパーフルオロまたはポリフルオロアルキル基または炭素数1～10のパーフルオロまたはポリフルオロアルキルオ基を示し、前記アルキル基またはアルキルオ基の炭素鎖中に1つ以上の酸基を含むことがあ

る。)

で表わされる化合物で、例えばクロロトリフルオロエチレン、ヘキサフルオロプロピレン、パーフルオロアルキルビニルエーテル、 $CF_2 = CF OCH_3$ 、 $(CF_2)_n H$ (式中、 $n = 0 \sim 9$) 等である。この含フッ素 α -オレフィンの共重合比は上記範囲が好ましく、上記範囲より小さい場合は潤滑油と固体潤滑剤との分離が起りやすく、上記範囲より大きい場合は共重合体の融点が低下する為高荷重負荷時発生する熱により該共重合体が溶融、凝縮をくり返し次第に大きな粒子となり潤滑面に異物として作用し始め潤滑効果を低減させる。

この変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンは、連鎖移動剤を用いて重合するかあるいは高分子量の変性ポリテトラフルオロエチレンを電子線または熱等で分解する事によって製造でき、粒径は0.1～50 μm 、数平均分子量は1,000～50,000であり、本発明の組成物全量に対して通常80～70重量%の範囲で添加混合して用いられる。

本発明のグリース状潤滑組成物は、前記組成の

みで用いることが出来るが、所望によりシリカゲル、非晶質カーボン、グラファイト、フッ化黒鉛、酸化チタン、酸化ジルコニウム、二硫化モリブデン、フッ素系樹脂等の固体潤滑剤や酸化防止剤、油性向上剤、腐食防止剤、摩耗防止剤等の添加剤をさらに配合して用いることが出来る。

次に実施例および比較例を示し本発明を具体的に説明する。なお、実施例および比較例中の離油度の測定は、下記のJIS K 2570「グリース類離油度試験方法」に従って行った。

グリース類離油度試験方法

清浄な質量既知の金網円すいろ過器の先端から長さ約35mmの位置まで(図1参照)、ろ過器の網目から試料がはみ出すようにろ過器内面に均一に試料をへらで押し付けた。この目詰め操作が終わったら、試料に気体が入らないように注意しながらへらで徐々に詰めた。

次いで、試料の周縁がろ過器金網の先端から約35mmの位置になるまで詰め、試料面に分離油がたまらないように試料の表面を盛り上げ、こ

れをへらで滑らかにした。ろ過器の網目からはみ出した試料を指先で取り除いて、試料の全量が約10gとなるようにしたのち、その質量を0.01gまではかった。次いで金網円すいろ過器をふたのかきにつるし、清浄な質量既知のビーカー中に詰め、これを150 \pm 0.5 $^{\circ}C$ に保った恒温浴中に入れ、18時間加熱した。この加熱が終わったらビーカーを恒温浴から取り出し、デシケター内で室温まで放冷し、ろ過器の先端をビーカー内縁に軽く当てて、円すい先端に付着している油をビーカーに移し、この質量を0.01gまではかり、分離油の質量を求めた。

離油度は、次式によって算出した。

$$A = \frac{C}{B} \times 100$$

ここに A：離油度 (%)

B：試料の質量 (g)

C：分離油の質量 (g)

なお同一試料について、2個以上の試験結果の平均値を離油度として小数点1位まで表示する。

実施例 1

パラフィン系合成油（粘度 170 CP、25°C）500 g に固体潤滑剤の変性低分子量ポリテトラフルオロエチレン（テトラフルオロエチレン 99.8 モル% とヘキサフルオロプロピレン 0.2 モル% の共重合体、数平均分子量 5,000 ~ 10,000 粒径 0.2 ~ 0.4 μm）500 g を添加し、2 g 容積の撹拌機を用い混合しグリース組成物とする。このグリース組成物を用い前記離油度試験方法に従い、150°C、18 時間後の離油度を測定しグリース組成物中の固体潤滑剤の分散安定性をみた。結果を表 1 に示す。

実施例 2 ~ 8

表 1 に示す固体潤滑剤の変性低分子量ポリテトラフルオロエチレンを用い、他は実施例 1 と同様の操作で離油度の測定を行った。結果を表 1 に示す。

比較例 1 ~ 2

表 1 に示す固体潤滑剤の低分子量ポリテトラフルオロエチレンを用い、他は実施例 1 と同様の操

作で離油度の測定を行った。結果を実施例 1 ~ 8 と共に表 1 に示す。

表 1

	低分子量ポリテトラフルオロエチレン				測定結果 離油度 (%)
	ポリマーの種類 変性低分子量 ポリテトラフルオロエチレン	モノマー組成 (モル%) テトラフルオロエチレン (99.8) ヘキサフルオロプロピレン (0.2)	数平均分子量 5,000 ~ 10,000	粒径 (μm) 0.2 ~ 0.4	
実施例 1	変性低分子量 ポリテトラフルオロエチレン	テトラフルオロエチレン (99.8) ヘキサフルオロプロピレン (0.2)	5,000 ~ 10,000	0.2 ~ 0.4	2.5
2	変性低分子量 ポリテトラフルオロエチレン	テトラフルオロエチレン (99.6) ヘキサフルオロプロピレン (0.4)	5,000 ~ 10,000	0.2 ~ 0.4	2.4
8	変性低分子量 ポリテトラフルオロエチレン	テトラフルオロエチレン (99.8) ヘキサフルオロプロピレン (0.2)	5,000 ~ 10,000	1.0 ~ 3.0	0.1
比較例 1	低分子量ポリテトラフルオロエチレン	テトラフルオロエチレン (100)	5,000 ~ 10,000	0.2 ~ 0.4	14.9
2	変性低分子量 ポリテトラフルオロエチレン	テトラフルオロエチレン (99.8) ヘキサフルオロプロピレン (0.2)	5,000 ~ 10,000	3 ~ 7	13.2

4. 図面の簡単な説明

図 1 は離油度試験器装置組立図を示す。

- 1... 金網円筒ろ過器
2... ビーカー
3... 漏斗

以上

図1

